



(19) RU (11) 2 078 579 (13) C1
(51) МПК⁶ А 61 К 35/80

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 94009370/14, 16.03.1994

(46) Дата публикации: 10.05.1997

(56) Ссылки: Авторское свидетельство СССР № 1595832, С 07 С 31/26, 1960.

(71) Заявитель:
Нехорошев Михаил Валентинович[UA],
Поздняков Юрий Иванович[RU],
Борщевская Марина Ильинична[UA]

(72) Изобретатель: Нехорошев Михаил
Валентинович[UA],
Поздняков Юрий Иванович[RU], Борщевская
Марина Ильинична[UA]

(73) Патентообладатель:
Нехорошев Михаил Валентинович[UA],
Поздняков Юрий Иванович[RU],
Борщевская Марина Ильинична[UA]

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАННИТА ИЗ БУРЫХ ВОДОРОСЛЕЙ

(57) Реферат:

Использование: изобретение относится к медицине, а именно к химико-фармацевтической промышленности, и касается способа получения маннита из бурых водорослей, который широко применяется в медицине для создания лекарственных препаратов. Сущность способа заключается в экстракции бурых

водорослей 96%-ным этиловым спиртом при соотношении сырья и экстрагента 1:2, перекристаллизации из кипящего 96%-ного этанола, фильтрации при температуре 50 - 70 °C и очистке в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80 - 90°C и соотношении 1:1. Технический результат заключается в повышении технологичности процесса.

RU 2 078 579 C1

RU 2 078 579 C1



(19) RU (11) 2 078 579 (13) C1
(51) Int. Cl. 6 A 61 K 35/80

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 94009370/14, 16.03.1994

(46) Date of publication: 10.05.1997

(71) Applicant:
Nekhoroshev Mikhail Valentinovich[UA],
Pozdnjakov Jurij Ivanovich[RU],
Borschhevskaja Marina Il'inichna[UA]

(72) Inventor: Nekhoroshev Mikhail
Valentinovich[UA],
Pozdnjakov Jurij Ivanovich[RU], Borschhevskaja
Marina Il'inichna[UA]

(73) Proprietor:
Nekhoroshev Mikhail Valentinovich[UA],
Pozdnjakov Jurij Ivanovich[RU],
Borschhevskaja Marina Il'inichna[UA]

(54) METHOD OF PREPARING MANNITOL FROM BROWN ALGAE

(57) Abstract:

FIELD: medicine, chemical-pharmaceutical industry. SUBSTANCE: method involves extraction of brown algae with 96% ethyl alcohol at ratio raw and extractant = 1:2

followed by recrystallization from the boiling 96% ethanol, filtration at 50-70 C and purification in 0.1% hydrochloric acid solution at 80-90 C at ratio = 1:1. EFFECT: enhanced technological effectiveness of process.

RU 2 0 7 8 5 7 9 C 1

RU 2 0 7 8 5 7 9 C 1

Изобретение относится к химико-фармацевтической промышленности, в частности к получению маннита из буровых водорослей, используемого в производстве лекарственных средств.

Известны способы получения маннита из водорослей, в соответствии с которыми маннит выделяют из растворов, оставшихся после получения альгиновой кислоты путем электролиза ее растворимых солей. После выделения альгиновой кислоты раствор, обогащенный свободной щелочью, фильтруют и охлаждают. При охлаждении из щелочного раствора выпадают кристаллы солей йода и брома и кристаллы маннита, которые отфильтровывают, очищают и разделяют обычной кристаллизацией.

Наиболее близким к заявляемому является способ выделения маннита из буровых водорослей, согласно которому маннит получают путем экстракции буровых водорослей 85-86%-ным спиртом, отгонки спирта, отделением образовавшейся смолы и нагреванием полученного водного раствора до кипения с 4-10% бентонита, охлаждением смеси и последующей обработкой активированным углем в количестве 2-3 мас. перемешиванием при комнатной температуре, фильтрованием и кристаллизацией целевого продукта.

Недостатками этого способа в сравнении с заявляемым являются длительность и громоздкость технологического процесса, наличие большого количества стадий, за счет чего увеличивается себестоимость готового продукта, снижаются технологические возможности процесса.

Техническая задача предлагаемого изобретения заключается в создании технологии производства маннита, позволяющей получать целевой продукт наиболее экономичным, упрощенным и недлительным по времени способом.

Техническим результатом предлагаемого способа является снижение себестоимости целевого продукта, более полное и экономичное использование сырья, расширение технологических возможностей процесса.

Это достигается тем, что в способе получения маннита из измельченного растительного сырья сырьи водорослей, предусматривающем экстракцию этиловым спиртом при кипении, охлаждение и фильтрацию экстракта, очистку целевого продукта от сопутствующих веществ, перекристаллизацию продукта, экстракцию осуществляют 96%-ным этиловым спиртом при соотношении сырья и экстрагента 1: 2, перекристаллизацию проводят однократно из кипящего 96%-ного этилового спирта при соотношении 1:(0,5-1), фильтрацию при температуре 50-70°C, а очистку проводят в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80-90°C и соотношении 1:1.

Сущность изобретения: сухое сырье буровые водоросли -измельчают до размеров частиц 0,5-3 мм, измельченное сырье экстрагируют 96%-ным этиловым спиртом при кипении в соотношении 1:2 в течение 2-2,5 ч. Горячий экстракт сливают в реактор для кристаллизации, медленно охлаждают до температуры 0-4°C до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные

кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией, затем перекристаллизовывают их путем растворения в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:(0,5-1) с добавлением активированного угля (из расчета 2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 50-70°C, а фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80-90°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной температуры до полного выпадения кристаллов маннита. Выпавшие кристаллы маннита отфильтровывают, промывают охлажденной дистиллированной водой и высушивают. Полученный целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ 8321-74 "Д-маннит".

Пример 1. 1000 г измельченных сухих водорослей (размер частиц 0,5-3 мм) экстрагируют 2000 мл 96%-ного этилового спирта (1:2), а при кипении в течение 2-2,5 ч. Горячий экстракт сливают в реактор, затем охлаждают до температуры 0-4°C до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем их растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:0,5 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 50°C, фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной температуры до полного выпадения кристаллов маннита-сырца.

Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем их растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:0,5 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 50°C, фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной температуры до полного выпадения кристаллов маннита. Выпавшие кристаллы маннита отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают охлажденной дистиллированной водой и высушивают при комнатной температуре. Полученный целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ 8321-74 "Д-маннит". Выход целевого продукта 58,9 г.

Пример 2. 1000 г измельченных сухих водорослей (размер частиц 0,5-3 мм) экстрагируют 2000 мл 96%-ного этилового спирта (1:2) при кипении в течение 2-2,5 ч. Горячий экстракт сливают в реактор, затем охлаждают до температуры 0-4°C до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем их растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:0,75 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 60°C, фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 85°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной

температуры до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем их растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:0,75 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 60°C, фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 85°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной

температуры до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем их растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:0,75 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 60°C, фильтрат охлаждают до 0-4°C до выпадения кристаллов.

Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 85°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной

температуры до полного выпадения кристаллов маннита. Выпавшие кристаллы маннита отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают охлажденной дистиллированной водой и высушивают при комнатной температуре. Полученный целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ 8321-74 "Д-маннит". Выход целевого продукта 60,05 г на сухое сырье.

Пример 3. 1000 г измельченных сухих водорослей (размер частиц 0,5-3 мм) экстрагируют 2000 мл 96%-ного этилового спирта (1:2) при кипении в течение 2

2,5 ч. Горячий экстракт сливают в реактор, затем охлаждают до температуры 0

4°C до полного выпадения кристаллов маннита-сырца. Полученные кристаллы отделяют от жидкой фазы фильтрацией на воронке Бюхнера, затем из растворяют в кипящем 96%-ном этиловом спирте при соотношении 1:1 и добавляют активированный уголь (2-3% к массе раствора) при перемешивании в течение 15-20 мин. Полученный раствор фильтруют при температуре 70°C, фильтрат охлаждают до 0 4°C до выпадения кристаллов. Полученные кристаллы растворяют в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 90°C в соотношении 1:1, выдерживают 15-20 мин, затем раствор охлаждают до комнатной температуры до полного выпадения кристаллов маннита. Выпавшие кристаллы маннита отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают охлажденной дистиллированной водой и высушивают при комнатной температуре. Полученный целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ 8321-74 "Д-маннит". Выход целевого продукта - 59,45 г на сухое сырье.

Предлагаемый способ позволяет снизить себестоимость готового продукта, более экономично использовать сырье, расширить технологические возможности процесса.

Сравнительный анализ способа-прототипа и предлагаемого способа получения маннита из бурых водорослей представлен ниже.

Способ-прототип:

1. Экстракция сухого измельченного сырья 85-86%-ным этиловым спиртом при кипении в течение 2 ч при соотношении 1:6.
2. Фильтрация полученного экстракта (0,5 ч).
3. Отгонка спирта и отделение смолы (3 ч).
4. Смешивание 4-10% бентонита с полученным водным экстрактом (0,5 ч).
5. Нагревание полученной смеси до кипения и охлаждение ее (2 ч).
6. Обработка смеси активированным углем перемешиванием при комнатной температуре

(0,5 ч).

7. Фильтрация раствора до 90% осветления раствора и получения кристаллов, содержащих маннит (1 ч).

8. Трехкратная перекристаллизация кристаллов из дистиллированной воды (4 ч).

9. Упаривание маточника вдвое (3 ч).

10. Охлаждение упаренного маточника до отделения кристаллов (1,5 ч).

11. Трехкратная перекристаллизация кристаллов маточника из дистиллированной воды (4 ч).

12. Объединение полученного целевого продукта (3 ч).

Время проведения процесса 22 ч.

Выход целевого продукта 5,75%

Заявляемый способ:

1. Экстракция сухого измельченного сырья 96%-ным этиловым спиртом при кипении в течение 2-2,5 ч при соотношении 1:2.

2. Охлаждение полученного экстракта в реакторе до полного выпадения кристаллов маннита-сырца (1,5 ч).

3. Фильтрация полученных кристаллов от жидкой фазы (0,5 ч).

4. Перекристаллизация продукта путем растворения кристаллов в кипящем 96%-ном этиловом спирте с добавлением активированного угля (2 ч).

5. Отделение активированного угля путем горячей фильтрации (при 50-70 °C), охлаждение фильтрата (0,5 ч).

6. Очистка продукта путем растворения кристаллов в 0,1%-ном растворе хлористо-водородной кислоты при температуре 80-90°C в соотношении 1:1 (1 ч).

7. Охлаждение раствора до полного выпадения кристаллов маннита (2 ч).

8. Фильтрация и промывка кристаллов маннита охлажденной дистиллированной водой с последующим их высушиванием (3 ч).

Время проведения процесса 13 ч.

Выход целевого продукта 5,89%

Формула изобретения:

Способ получения маннита из бурых водорослей путем экстракции сухого измельченного сырья этиловым спиртом при кипении, охлаждения и фильтрации экстракта, перекристаллизации продукта, очистки его от сопутствующих веществ, отличающийся тем, что экстракцию проводят 96%-ным этиловым спиртом при соотношении сырья и

экстрагента 1:2, перекристаллизацию осуществляют однократно из кипящего 96%-ного этилового спирта при соотношении 1:0,5-1, фильтрацию при температуре 50-70 °C, а очистку проводят в 0,1%-ном

растворе хлористоводородной кислоты при температуре 80-90°C и соотношении 1:1.